

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 特 許 公 報(B2)

(11) 特許番号

特許第6530054号
(P6530054)

(45) 発行日 令和1年6月12日(2019.6.12)

(24) 登録日 令和1年5月24日(2019.5.24)

(51) Int. Cl.		F 1	
C 2 3 G	1/08	(2006.01)	C 2 3 G 1/08
C 2 5 F	3/16	(2006.01)	C 2 5 F 3/16 C
C 2 1 D	1/06	(2006.01)	C 2 1 D 1/06 A
F 2 7 B	5/04	(2006.01)	F 2 7 B 5/04
F 2 7 B	5/08	(2006.01)	F 2 7 B 5/08

請求項の数 12 (全 6 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号	特願2017-507877 (P2017-507877)	(73) 特許権者	517041464
(86) (22) 出願日	平成27年8月14日 (2015.8.14)		イーファウアー シュメッツ ゲゼル シ
(65) 公表番号	特表2017-531092 (P2017-531092A)		ャフト ミット ベシュレンクテル ハフ
(43) 公表日	平成29年10月19日 (2017.10.19)		ツング
(86) 国際出願番号	PCT/EP2015/068805		I V A S C H M E T Z G M B H
(87) 国際公開番号	W02016/026795		ドイツ国 5 8 7 0 8 メンデン, フォ
(87) 国際公開日	平成28年2月25日 (2016.2.25)		ルツナ ストラッセ 39
審査請求日	平成30年4月2日 (2018.4.2)		H o l z e n e r S t r . 3 9 , 5
(31) 優先権主張番号	102014111779.4		8 7 0 8 M e n d e n , G e r m a n
(32) 優先日	平成26年8月18日 (2014.8.18)		y
(33) 優先権主張国	ドイツ (DE)	(74) 代理人	100137095
			弁理士 江部 武史
		(74) 代理人	100173532
			弁理士 井上 彰文

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化炉用レトルトの製造方法およびそのレトルト

(57) 【特許請求の範囲】

【請求項 1】

金属ワークピースを所定の雰囲気下で熱処理する窒化炉用のレトルトを製造する方法であって、

前記レトルトは、ステンレススチールから製造され、

前記レトルトは、熱処理中に、前記ワークピースを収容するためのガイドシリンダを同心状に取り囲み、

前記窒化炉の運転モードにおいて、前記所定の雰囲気と接触する前記レトルトの少なくとも内面および前記ガイドシリンダの内面は、低い触媒活性を有するようにピッキング剤によって酸洗いされていることを特徴とする方法。

【請求項 2】

前記ピッキング剤は、硝酸およびフッ化水素酸を含む請求項 1 に記載の方法。

【請求項 3】

酸洗い後、前記表面は、ガルバニック浴中で電解質によって研磨される請求項 1 または 2 に記載の方法。

【請求項 4】

前記電解質は、リン酸および硫酸を含む請求項 3 に記載の方法。

【請求項 5】

前記研磨された表面は、硝酸で不動態化される請求項 3 または 4 に記載の方法。

【請求項 6】

前記レトルトは、円筒形状を有し、ともに溶接される金属シートの切り抜きから作成されている請求項 1 ないし 5 のいずれかに記載の方法。

【請求項 7】

金属ワークピースを所定の雰囲気下で熱処理する窒化炉用のレトルトであって、
前記レトルトは、ステンレススチールで形成され、

前記レトルトは、熱処理中に、前記ワークピースを収容するためのガイドシリンダを同心状に取り囲み、

前記窒化炉の運転モードにおいて、前記所定の雰囲気と接触する前記レトルトの少なくとも内面および前記ガイドシリンダの内面は、低い触媒活性を有するようにピックアップ剤によって酸洗いされることを特徴とするレトルト。

10

【請求項 8】

前記レトルトは、ともに溶接された金属シートの切り抜きから作成される請求項 7 に記載のレトルト。

【請求項 9】

前記レトルトは、円筒形状である請求項 7 または 8 に記載のレトルト。

【請求項 10】

前記レトルトの前記酸洗された表面は、電解研磨されている請求項 7 ないし 9 のいずれかに記載のレトルト。

【請求項 11】

前記レトルトの前記酸洗いされ、電解研磨された表面は、硝酸で不動態化されている請求項 10 に記載のレトルト。

20

【請求項 12】

金属ワークピースを所定の雰囲気下で熱処理し、

請求項 1 ないし 11 のいずれかに記載の前記レトルトを含むことを特徴とする窒化炉。

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、金属ワークピースを所定の雰囲気下で熱処理する窒化炉用レトルトの製造方法に関する。そのレトルト (retort) は、ステンレススチールから製造されている。本発明はまた、窒化炉用レトルトおよび窒化炉に関する。

30

【背景技術】

【0002】

金属ワークピースは、所定の雰囲気において、多数の方法で熱処理される。一般的に知られている方法は、スチール製のワークピースの窒化である。これは、スチールを表面硬化するための方法であり、窒素含有雰囲気からの窒素がスチール部品の表面に富化される。窒化 (nitriding) は、スチールの周辺層を硬化するための方法である。浸炭窒化 (nitrocarburizing) は、窒化と浸炭の組み合わせである。

【0003】

窒化処理および浸炭窒化処理は、窒化炉の排気可能な (evacuatable) レトルト内で行われる。レトルトは、非錆スチールまたはステンレススチールで形成されている。500 から 580 の間の窒化および浸炭窒化処理のために、気体媒質 (主に、窒素 (N_2)、二酸化炭素 (CO_2)、水素または H_2 、エンドガス (吸熱ガス、endogas)、炭化水素 ($CxHy$) およびアンモニア (NH_3)) が使用される。アンモニアは、窒素供与体として処理中に存在しなければならない。

40

【0004】

スチール部品またはスチール製のワークピースの表面に窒素を導入するためには、窒素は、原子の形態で存在しなければならない。結合の高い安定性のために、分子としての窒素は、もはやその処理の使用に適していない。

【0005】

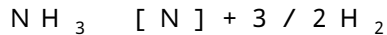
窒素原子の生成は、ガス状アンモニアの添加を経た処理において、所与の温度および圧

50

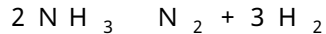
力条件下で行われる。

【0006】

アンモニアは、以下の式のように反応する。



または



ここで、窒素原子、すなわち、[N]は、第1の場合にのみスチール部品への拡散輸送に利用可能である。この間、アンモニアは、スチール部品またはワークピースの表面上で部分的に分離し、得られた窒素原子は、ワークピースに堆積して、硬質層を形成する。窒化中に放出された水素は、未分解アンモニアとともに炉を出て、通常に処分される。N₂への再結合が既に完全に行われている場合、窒化処理は終了する。

10

【0007】

供給されるアンモニアは、十分な量の窒素原子（すなわち、高い窒化電位）を提供するために、スチール部品上で直接解離することが好ましい。この窒化電位（nitriding potential）の定量化は、いわゆる窒化数K_Nによって可能にされる。これは、次のように定義される。

$$K_N = \frac{p_{\text{NH}_3}}{p_{\text{H}_2}^{1.5}}$$

【0008】

ここで、pは分圧である。温度および圧力の条件から離れて、解離反応は、触媒の影響を受ける。この触媒作用の影響を受けたアンモニアの解離は望ましくないが、原理的には反応空間内のすべての金属表面および活性表面上で起こる。レトルト炉のプラントでは、これらは、主にレトルトの内面であるが、ワークピース用の搬送装置の表面でもある。ステンレススチール1.4841（X15CrNiSi25-21）またはステンレススチール1.4828は、通常レトルト用に使用される。このステンレススチール部品の高いニッケル含有量のため、アンモニアは早期に分裂する傾向がある。この理由のため、比較的多量のアンモニアを供給して、特定の窒化電位を設定しなければならない。さらに、窒化処理のために、この材料は、必ずその増加した窒素含有量を有する。その含有量は、表面粗さの望ましくない増加および寿命に関する欠点をもたらす。

20

30

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【0009】

したがって、本発明の目的は、上述の欠点、特に、窒化処理中の窒素含有量の増加を回避するためのレトルトの製造方法を開発することである。さらに、本発明の目的は、特に、窒素含量の増加に対して高い耐性を示す、改善されたレトルトおよび改善されたレトルトを有する窒化炉を提供することにある。

【課題を解決するための手段】

【0010】

本発明によれば、その目的は、請求項1に記載の方法によって達成される。窒化炉の運転モードにおいて、所定の雰囲気と接触するレトルトの少なくとも表面は、ピッキング剤（酸洗い剤）によって酸洗いされる。その表面は、特に、所定の雰囲気と接触するレトルトの内面または内壁である。所定の雰囲気は、特に、窒素を含む雰囲気である。

40

【0011】

本発明は、窒化炉の運転モードにおいて、所定の雰囲気と接触する金属表面（特に、レトルトの内部の表面）が可能な限り高い不動態性を示す場合に、望ましくない反応を最小限に抑えることができるという認識に基づいている。ピッキング剤（pickling agent）によって処理されたレトルト表面は、低い触媒活性を示す。その結果、少ないアンモニア量を有するレトルト内での窒化中に、高い窒化電位が発生することが可能になる。ピッキング剤は、好ましくは、硝酸およびフッ化水素酸を含み、特に、硝酸とフッ化水素酸の

50

混合物を含む。

【0012】

好ましくは、表面は、ガルバニック浴 (galvanic bath) 中で電解質を用いて酸洗いした後に研磨される。これは、表面粗さの減少につながる。すなわち、全体で、より小さい全体表面 (smaller overall surface) につながる。その結果、解離の前段階として、アンモニアの表面への吸着が減少する。また、腐食に対するより高い耐性が利点である。これは、レトルトの全寿命を延ばす。電解研磨される表面は、特にレトルトの内面である。本発明によれば、電解質は、リン酸および硫酸を含む。好ましくは、電解研磨は、リン酸と硫酸とからなるガルバニック浴中で行われる。好ましくは、研磨された表面は、硝酸で不動態化される。

10

【0013】

本発明の枠組みの中で、円筒形状を有するレトルトは、ともに溶接される金属シートの切り抜き (cut-outs) から作られる。好ましくは、レトルトは、熱処理中にワークピースを収容するためのガイドシリンダを同心状に取り囲む。

【0014】

さらに、本発明は、好ましく排気可能な窒化炉用のレトルトを生成する。その窒化炉において、金属製ワークピースが所定の (窒素含有) 雰囲気中で熱処理される。レトルトは、非錆スチールまたはステンレススチールで形成されている。窒化炉の運転モードにおいて、所定の雰囲気中で接触する少なくともレトルトの表面は、ピッキング剤によって酸洗いされる。

20

【0015】

ワークピースの熱処理は、レトルト内で行われる。酸洗いされる表面は、特にレトルトの内面である。

【0016】

本発明の好ましい実施形態において、レトルトは、ともに溶接される金属シートの切り抜きから作られる。好ましくは、レトルトは円筒形状を有する。好ましくは、レトルトは、熱処理中に、ワークピースを収容するためのガイドシリンダを同心状に取り囲む。

【0017】

レトルトの酸洗された表面は、好ましくは、電解研磨される。これらは、特に、レトルトの内面と、熱処理中に大気と接触するガイドシリンダの表面である。

30

【0018】

レトルトの研磨面は、好ましくは、硝酸で不動態化されている。

【0019】

最後に、本発明は、金属ワークピースが所定の雰囲気中で熱処理される窒化炉を含む。その窒化炉は、請求項 1 ~ 12 のいずれか一項に記載のレトルトを含むことを特徴とする。窒化処理および浸炭窒化処理を行うための窒化炉は、通常、前述のプロセスが行われる排気可能なレトルトを提供する。

【発明を実施するための形態】

【0020】

以下、好ましい実施形態に基づいて本発明をより詳細に説明する。

40

【0021】

レトルトは、排気可能な窒化炉用に作られる。まず、圧延されたステンレススチールシートから金属シートの切り抜きが作られ、本質的に円筒形のレトルトが形成される。その後、金属シートの切り抜きはともに溶接される。レトルトは、本質的に知られているステンレススチール製のガイドシリンダを含む。ガイドシリンダは、窒化処理の間に、ワークピースを収容または保存するように働く。

【0022】

レトルトおよびガイドシリンダの内面は、酸洗される。このために、硝酸とフッ化水素酸との混合物が使用される。ピッキング剤によって処理された表面は、低い触媒活性を示す。これにより、低アンモニア量のレトルト内での窒化の間に、高い窒化電位を増大さ

50

せることができる。

【 0 0 2 3 】

酸洗い後、酸洗された表面をリン酸と硫酸とからなるガルバニック浴で電解研磨する。その後、酸洗された表面は、硝酸で不動態化される。電解研磨は、表面粗さの減少につながる。すなわち、全体で、より小さい全体表面につながる。このようにして、解離の前段階としての表面上のアンモニアの吸着が低減される。また、腐食に対するより高い耐性が有利である。これは、レトルトの全寿命を延ばす。

フロントページの続き

(51)Int.Cl. F I
 C 2 3 C 8/26 (2006.01) C 2 3 C 8/26

(74)代理人 100091627

弁理士 朝比 一夫

(72)発明者 ランケス, ハイน์リヒ - ペーター
 ドイツ国 4 1 3 6 6 シュヴァルムタール, ドルフェルド 2

(72)発明者 ハッセ, ペーター
 ドイツ国 4 6 4 1 9 イッセルブルク, モフスフェルド 1 4

(72)発明者 ミラー, デイルク
 ドイツ国 4 6 3 9 5 ボッホルト, アンホルツェルストラッセ 4 5 a

審査官 越本 秀幸

(56)参考文献 特開昭56-108088(JP,A)
 特開2006-233261(JP,A)
 特表平01-503790(JP,A)
 特開平06-017271(JP,A)
 特開平11-152590(JP,A)
 特開昭64-036800(JP,A)
 特開平01-165800(JP,A)
 国際公開第2011/111391(WO,A1)
 特開平06-306653(JP,A)
 特開平09-166290(JP,A)
 実開昭57-014793(JP,U)
 特開2010-070844(JP,A)
 特開平06-010171(JP,A)
 特開平06-010172(JP,A)
 特開昭57-193284(JP,A)

(58)調査した分野(Int.Cl., DB名)

C 2 3 G 1 / 0 0 - 5 / 0 6

C 2 5 F 1 / 0 0 - 7 / 0 2

F 2 7 B 5 / 0 0 - 7 / 4 2